



**Vlaanderen**  
is landbouw & visserij

**ILVO Mededeling 249**

Februari 2019

**Vlarisub-ringtest  
November 2018**

**Vlarisub proficiency test  
November 2018**

**ILVO**

Instituut voor Landbouw-,  
Visserij- en Voedingsonderzoek

[www.ilvo.vlaanderen.be](http://www.ilvo.vlaanderen.be)

**Vlarisub-ringtest  
November 2018**

**Vlarisub proficiency test  
November 2018**

ILVO MEDEDELING 249

Februari 2019

ISSN 1784-3197

Wettelijk Depot: D/2019/10.970/249

Amery F.

Vandecasteele B.

Van Waes C.

Van Waes J.



## Inhoud

1	Inleiding/Introduction.....	3
2	Materiaal en methoden/Materials and Methods.....	4
2.1	Staalvoorbereiding/Sample preparation.....	4
2.2	Methodes/Methods.....	5
2.3	Statistische analyse/Statistics.....	5
2.3.1	Eerste controle / Initial data control.....	5
2.3.2	Tabellen/Tables.....	6
2.3.3	Onzekerheid op de consensuswaarde (ifv Zèta-score).....	6
3	Resultaten en bespreking/ Results and discussion.....	7
3.1	Staal A: Waterextract / Sample A: Water extract.....	7
3.2	Staal A: Ammoniumacetaat-extract / Sample A: Ammonium acetate extract.....	8
3.3	Staal/Sample A: CaCl <sub>2</sub> /DTPA-extract.....	9
3.4	Staal B: Fysische analyse / Sample B: Physical analysis.....	10
3.5	Staal C: Zware metalen en P/ Sample C: Heavy metals and P.....	11
3.6	Staal C: Macro-elementen en N/ Sample C: Macro elements and N.....	12
3.7	Staal D: Minerale N en ammoniumlactaatextractie / Sample D: Mineral N and ammonium lactate extraction.....	13
3.8	Staal D: pH-KCl en P / Sample D: pH-KCl and P.....	14
3.9	Staal E: Organische koolstof en totale N / Sample E: Organic carbon and total N.....	15
4	Conclusies.....	16
5	Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2018/ Participants 2018.....	19
6	Bijlage 2.....	20
7	Addendum 2.....	24

## 1 Inleiding/Introduction

Reeds meer dan 20 jaar organiseert ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving de vlarisub-ringtest. De ringtest spitste zich initieel toe op fysische en chemische analyses van potgronden en grondstoffen voor potgrond, maar gaandeweg werden ook compoststalen en minerale bodemstalen (bepaling van nitraatresidu) in de ringtest opgenomen. In 2018 werden opnieuw 2 VLARISUB-ringtesten (mei en november) georganiseerd met telkens 5 stalen. Bij staal A worden ook de  $\text{CaCl}_2$ /DTPA-extraheerbare elementen gemeten in november.

The vlarisub proficiency test has been organised by ILVO (Institute for Agricultural and Fisheries Research, PLANT, Crop Husbandry and Environment Research Area) for more than 20 years. Initially the focus of the interlaboratory test was on physical and chemical analyses of substrates and peat. Since several years, analysis of composts (mainly heavy metals, total N and ash content) and mineral soils (mainly organic carbon and nitrate) were also included in the scope of the proficiency test. For sample A,  $\text{CaCl}_2$ /DTPA extractable elements are also measured in November.

## 2 Materiaal en methoden/Materials and Methods

### 2.1 Staalvoorbereiding/Sample preparation

- Een staal kokoschips (**staal A**) voor **chemische analyse** (manueel gehomogeniseerd en verdeeld in porties via kwartieren, niet gedroogd)
  - Een staal potgrond (**Staal B**) voor fysische analyse (manueel gehomogeniseerd en verdeeld in porties via kwartieren, niet gedroogd)
  - Een staal potgrond (**staal C**) voor analyse van zware metalen, macro-elementen, N, C en P, restvocht en organische stof. Het staal werd gedroogd (70 °C), gemalen (SK100, Retsch) en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).
  - Een staal minerale bodem (**Staal D**) van een weiland in Merelbeke (zandstreek). Het staal werd gedroogd (70 °C) en gemalen (SK100, Retsch), en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).
  - Een staal minerale bodem (**Staal E**) van een akkerbouwperceel in Leffinge (polders). Het staal werd gedroogd (70 °C), gemalen (SK100, Retsch) en gezeefd over 250 µm, en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).
- 
- A sample of coco chips (**sample A**) for **chemical analysis** (sample manually homogenised, not dried)
  - A sample of potting soil (**Sample B**) for physical analysis (sample manually homogenised, not dried)
  - A sample of potting soil (**sample C**) for heavy metal, macro elements, N, C, P analysis and determination of residual moisture and organic matter content (dried (70 °C) and ground in a cross beater mill (SK100, Retsch, Haan, Germany) equipped with heavy-metal-free grinding tools). The sample was divided in portions with a rotary sample divider with cone splitter (Fritsch laborette 27).
  - A sample mineral soil (**Sample D**) from a meadow in Merelbeke (Belgium). The dried sample (dried at 70 °C) was ground in a cross beater mill (SK100, Retsch, Haan, Germany) equipped with heavy-metal-free grinding tools, and divided in portions with a rotary sample divider with cone splitter (Fritsch laborette 27).
  - A sample mineral soil (**Sample E**) from an arable soil in Leffinge (Belgium). The dried sample (sieved over 250 µm, dried at 70 °C) was ground in a cross beater mill (SK100, Retsch, Haan, Germany) equipped with heavy-metal-free grinding tools, and divided in portions with a rotary sample divider with cone splitter (Fritsch laborette 27).

Na het mechanisch splitten werden 5 porties van staal C willekeurig geselecteerd voor een homogeniteitstest. De parameters OS, P, K, Mg en Ca werden gemeten in het extract, tweemaal per portie. Een ANOVA-test wees uit dat de resultaten tussen de porties niet significant verschilden ( $p=0,13; 0,47; 0,15; 0,18; 0,22$ , respectievelijk, Tabel 1). De standaarddeviatie over alle metingen was twee tot tien keer kleiner dan de standaarddeviatie van de resultaten verkregen per labo in de ringtest (Tabel 1).

After splitting, 5 portions of sample C were selected in a random way for testing homogeneity. For these 5 portions, OM, P, K, Mg and Ca were measured 2 times. An ANOVA test showed that the results from the different portions did not differ significantly ( $p=0.13; 0.47; 0.15; 0.18; 0.22$ , respectively, Table 1). The standard deviation over all measurements was two to ten times smaller than the standard deviation of the results obtained from the labs (Table 1).

Tabel 1. Resultaten van de homogeniteitstest voor organische stof (OS), P, K, Mg en Ca in staal C. (Table 1. Results from the homogeneity test for organic matter (OM), P, K, Mg and Ca for sample C)

OS/OM (%/DW)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	89,11	88,66	89,05	88,92	89,32		
Measurement 2	89,09	89,04	89,02	89,01	89,23		
average	89,1	88,9	89,0	89,0	89,3	89,0	89,7
standarddev.	0,0	0,3	0,0	0,06	0,1	0,2	0,4
P (mg/kg)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	839	843	828	868	829		
Measurement 2	829	840	838	837	840		
average	834	841	833	852	834	839	909
standarddev.	7	2	8	22	8	12	75
K (g/kg)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	3,42	3,40	3,44	3,45	3,44		
Measurement 2	3,38	3,40	3,44	3,41	3,47		
average	3,40	3,40	3,44	3,43	3,45	3,42	3,66
standarddev.	0,03	0,00	0,00	0,02	0,02	0,03	0,33
Mg (g/kg)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	3,34	3,40	3,38	3,27	3,33		
Measurement 2	3,39	3,37	3,26	3,26	3,33		
average	3,36	3,38	3,32	3,27	3,33	3,33	3,24
standarddev.	0,04	0,02	0,08	0,01	0,01	0,05	0,23
Ca (g/kg)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	21,7	22,0	21,9	21,2	21,7		
Measurement 2	21,9	22,0	21,1	21,3	21,8		
average	21,8	22,0	21,5	21,3	21,7	21,7	20,4
standarddev.	0,2	0,0	0,6	0,1	0,1	0,3	1,2

## 2.2 Methodes/Methods

Instructies: Zie brief (Bijlage 2)

Instructions: See instruction letter (Addendum 2)

## 2.3 Statistische analyse/Statistics

### 2.3.1 Eerste controle / Initial data control

Er namen 23 labo's deel aan de ringtest (zie bijlage 1). 21 labo's stuurden resultaten in. Als eerste stap werden de gerapporteerde gemiddelden van de labo's gecontroleerd op duidelijke uitschieters. Indien er een aanwijzing was van een verkeerde berekening of het niet in rekening brengen van verdunningsfactoren, werden de labo's hiervan op de hoogte gebracht en kregen ze de kans deze fouten te corrigeren. Deze waarden worden in vet en onderstreept (zwart) aangeduid in de tabellen. Waarden onder de detectielimiet worden gelijkgesteld aan de helft van de gerapporteerde detectielimiet.

Twenty-three laboratories participated in the proficiency test (listed in Addendum 1). Twenty-one laboratories reported their results. As an exploratory step, the reported averages were checked for obvious outliers. If there were

indications for incorrect or incomplete calculations (e.g., dilution factors), the labs were contacted and were able to correct the calculations. Corrected values are indicated underlined and in bold (black) in the tables. Values lower than the limit of detection are treated as half the reported limit of detection.

### 2.3.2 Tabellen/Tables

Het algemene gemiddelde en de standaarddeviatie (STDEV) en relatieve standaarddeviatie (RSD) worden per labo automatisch berekend in de invulformulier. In de tabel met de gemiddelde resultaten per labo wordt het gemiddelde en de standaarddeviatie van de ringtest zonder uitschieters gerapporteerd, samen met de z-score. Uitbijters worden in de tabel in rood en vet aangegeven. De z-score wordt berekend met de volgende formule:

$$\text{(Gemiddelde Lab - Gemiddelde ringtest)/Standaarddeviatie}$$

waarbij het gemiddelde en de standaarddeviatie berekend werden na verwijdering van de uitbijters (outliers). Voor de uitbijters zelf werd ook een z-score berekend volgens deze formule. De z-score is een maat voor de afwijking van het ringtestgemiddelde en heeft een verwachte waarde 0. Een score groter dan +2 of kleiner dan -2 (aangegeven in rood cursief) moet voor een laboratorium aanleiding zijn om de oorzaak van de afwijking te achterhalen. Uitbijters zijn waarden die groter zijn dan de 75<sup>e</sup> percentiel + 1,5 x de interkwartiel-range (range tussen de 25<sup>e</sup> en 75<sup>e</sup> percentiel) of kleiner zijn dan de 25<sup>e</sup> percentiel - 1,5 x de interkwartiel-range.

The average and the standard deviation (STDEV) and the relative standard deviation (RSD) are automatically calculated in the report form for each lab separately. In the tables with the average values for all labs, the average value, the standard deviation and the z-score for all participants is calculated after removal of the outliers. Outliers are indicated in bold and red in the table. The z-score is calculated according to the formula:

$$\text{(Average of the Lab - Average proficiency test)/Standard deviation}$$

Average and standard deviation were calculated after excluding the outliers. For the outliers, the z-score was also calculated according to this formula. The z-score is a measure for the deviation from the proficiency test average and has an expected value of 0. Labs should need to detect the reason for the deviation when the score is larger than +2 or smaller than -2 (indicated in red). Outliers are values larger than the 75<sup>th</sup> percentile value + 1.5 x interquartile range (range between the 25<sup>th</sup> and 75<sup>th</sup> percentile value) or smaller than the 25<sup>th</sup> percentile - 1.5 x interquartile range.

### 2.3.3 Onzekerheid op de consensuswaarde (ifv Zèta-score)

Voor de analyses op minerale bodem met minstens 8 deelnemende labo's wordt ook de onzekerheid op de consensuswaarde (=U<sub>xref</sub>) berekend. Dit laat de labo's toe de Zèta-score te berekenen. U<sub>xref</sub> wordt berekend al volgt:

$$U_{xref} = 1,25/p \times [\sum u_i^2]^{1/2}$$

Met:

u<sub>i</sub>: labospecifieke meetonzekerheid

p: aantal deelnemende labo's



### 3 Resultaten en bespreking/ Results and discussion

#### 3.1 Staal A: Waterextract / Sample A: Water extract

Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
eenheid/unit	-	µS/cm	mg/l substraat (mg/l substrate)					
staal/sample	A	A	A	A	A	A	A	A
2	6,67	125	1,03	0,65	0,38	106,0	52,6	27,1
3	6,93	117				99,3	44,9	
4	6,75	130	0,06	0,06	<b>0,00</b>	115,7	41,7	29,6
5	7,07	123	2,93	1,58	<b>1,35</b>	84,0		
7	6,87	107		1,28		93,7	35,6	
8	6,73	112		1,19		100,5	<b>88,2</b>	<b>52,3</b>
9	7,00	126	3,50	0,78	0,34	116,5	35,5	
10	6,87	121	0,40	0,00	0,40	105,5	<b>76,0</b>	20,4
11	6,98	107				94,7	34,5	20,0
12	6,84	130						
13	<b>7,42</b>	108	0,99	0,66	0,33	92,8	33,9	28,8
15	6,64	<b>923</b>		1,31				
19	6,98	115				78,0	31,6	
20		119						
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	6,86	119	1,49	0,84	0,35	98,8	38,8	25,1
st.dev. (zonder/without outliers)	0,14	8	1,40	0,56	0,02	12,0	7,1	4,6
Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
z-score 2	-1,4	0,8	-0,3	-0,3	1,1	0,6	1,9	0,4
z-score 3	0,5	-0,2				0,0	0,9	
z-score 4	-0,8	1,3	-1,0	-1,4	<b>-14,4</b>	1,4	0,4	1,0
z-score 5	1,5	0,6	1,0	1,3	<b>40,7</b>	-1,2		
z-score 7	0,1	-1,4		0,8		-0,4	-0,5	
z-score 8	-0,9	-0,8		0,6		0,1	<b>7,0</b>	<b>5,9</b>
z-score 9	1,0	0,9	1,4	-0,1	-0,4	1,5	-0,5	
z-score 10	0,1	0,3	-0,8	-1,5	2,0	0,6	<b>5,3</b>	-1,0
z-score 11	0,9	-1,4				-0,3	-0,6	-1,1
z-score 12	-0,2	1,4						
z-score 13	<b>4,0</b>	-1,2	-0,4	-0,3	-0,8	-0,5	-0,7	0,8
z-score 15	-1,6	<b>96,8</b>		0,8				
z-score 19	0,8	-0,4				-1,7	-1,0	
z-score 20		0,1						

### 3.2 Staal A: Ammoniumacetaat-extract / Sample A: Ammonium acetate extract

Labonummer/lab number	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn
eenheid/unit	mg/l substraat (mg/l substrate)					
staal/sample	A	A	A	A	A	A
3	10,2	252	375	67,9	0,170	1,12
4	10,1	262	347	62,4	<b>0,249</b>	1,13
5	<b>138,5</b>	264	404	74,2		
8	12,5	231	390	64,4	0,167	0,95
9	13,3	269	414	67,4		1,16
10	10,6	281	421	68,6	0,135	1,17
11	10,2	230	392	61,7		0,93
12	14,0	263	376	54,7		0,76
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	11,5	257	390	65,1	0,157	1,03
st.dev. (zonder/without outliers)	1,7	18	24	5,8	0,019	0,16
Labonummer/lab number	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn
z-score 3	-0,8	-0,2	-0,6	0,5	0,7	0,5
z-score 4	-0,9	0,3	-1,8	-0,5	<b>4,7</b>	0,7
z-score 5	<b>76,6</b>	0,4	0,6	1,6		
z-score 8	0,5	-1,4	0,0	-0,1	0,5	-0,5
z-score 9	1,1	0,7	1,0	0,4		0,8
z-score 10	-0,6	1,4	1,3	0,6	-1,1	0,9
z-score 11	-0,8	-1,5	0,1	-0,6		-0,7
z-score 12	1,5	0,4	-0,6	-1,8		-1,8

### 3.3 Staal/Sample A: CaCl<sub>2</sub>/DTPA-extract

Labnummer/lab number	K	Mg	Fe	Mn	Na	P	SO <sub>4</sub>
eenheid/unit	mg/l substraat (mg/ l substrate)						
staal/sample	A	A	A	A	A	A	A
<b>10</b>	245	52,3	11,2	1,20	75,0	10,2	37,3
<b>19</b>	223	54,1	14,7	1,62	70,7	10,8	
<b>gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)</b>	234	53,2	12,9	1,41	72,9	10,5	37,3
<b>st.dev. (zonder/without outliers)</b>	15	1,3	2,5	0,29	3,1	0,4	-

### 3.4 Staal B: Fysische analyse / Sample B: Physical analysis

labonummer (lab number)	7	8	10	15	19	gemiddelde (average)	st.dev.
DROGE BULKDENSITEIT (dry bulk density) kg/m <sup>3</sup>	161	169	164	167	164	165	3
TOTAAL PORIENVOLUME (total pore volume) ml/100 ml (VOCHTIG 10 cm)	90,0	89,1	89,8	76,9	89,8	87,1	5,7
WATER OP VERS GEWICHT g H <sub>2</sub> O/100g (10 cm)	83,2	81,4	83,0			82,5	1,0
(Water on a fresh weight base) (50 cm)	75,9	77,6	77,9			77,1	1,1
(100 cm)	73,4	74,9	74,5			74,3	0,8
WATER OP DROOG GEWICHT g H <sub>2</sub> O/100g (10 cm)	494	438	490			474	31
(Water on a dry weight base) (50 cm)	316	346	353			338	20
(100 cm)	276	299	291			289	12
LUCHT VOLUME % (ml LUCHT/100ml VERS SUB.) (10 cm)	10,5	15,0	9,4		9,3	11,1	2,7
(air volume (fresh weight base)) (50 cm)	41,3	31,5	34,8		37,0	36,1	4,1
(100 cm)	47,3	39,4	44,1		41,2	43,0	3,5
WATERVOLUME % (ml H <sub>2</sub> O/100ml VERS SUB.) (10 cm)	79,5	74,2	80,4		80,5	78,6	3,0
(water volume (fresh weight base)) (50 cm)	49,0	57,8	55,4		52,8	53,8	3,8
(100 cm)	43,0	49,9	46,1		48,6	46,9	3,0
GOW (gemakkelijk opneembaar water) (easily obtainable water)	30,5	16,4	24,9			23,9	7,1
WBV (waterbufferend vermogen) (water buffering capacity)	6,1	7,9	9,4			7,8	1,6
KRIMP (shrink) %	31,9	33,2	33,3		28,0	31,6	2,5
VOCHTGEHALTE (moisture content) % (g/100g vers gewicht/fresh weight)	71,4	70,6	71,0	71,7	70,2	71,0	0,6
ORGANISCHE STOF (organic matter) % (g/100g droog gewicht/dry weight)	91,5	91,6	91,1	<b>92,0</b>	91,2	91,5	0,4
% AS (ash content) (g/100g droog gewicht/dry weight)	8,5	8,4	8,9	<b>8,0</b>	8,8	8,5	0,3

### 3.5 Staal C: Zware metalen en P/ Sample C: Heavy metals and P

Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P
eenheid/unit	mg/kg DS (mg/kg DM)									
staal/sample	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
2	51,2	32,6	3,93	1,80		2,60	109	0,035		911
3	57,0	32,7	6,07	1,50	0,070	1,61	120	0,042	<b>2,05</b>	916
5	44,7	34,2	<b>30,64</b>	2,39	<b>0,647</b>	<b>14,51</b>		<b>0,084</b>	0,13	<b>4165</b>
7	<b>59,7</b>	34,8	5,84	1,56	0,080	1,76	119		0,74	840
8	50,1	29,6	8,40	2,05	0,124	1,82	110			
9	52,3	30,9					116			933
10	42,2	28,4	3,60	1,38	0,144	1,69	<b>85</b>		0,43	827
12										<b>943</b>
16	48,9	28,4	4,25	1,66	0,153	1,97	113			<b>670</b>
19	46,3	33,3	5,06	2,22	0,143	3,13		0,040	0,80	1058
23	49,5	37,2	4,76	1,54	0,132	1,95	114		0,98	846
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	49,1	32,2	5,24	1,79	0,121	2,07	114	0,039	0,61	909
st.dev. (zonder/without outliers)	4,4	2,9	1,54	0,35	0,033	0,53	4	0,004	0,34	75
Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P
z-score 2	0,5	0,1	-0,8	0,0		1,0	-1,2	-1,1		0,0
z-score 3	1,8	0,2	0,5	-0,8	-1,6	-0,9	1,4	0,8	<b>4,3</b>	0,1
z-score 5	-1,0	0,7	<b>16,5</b>	1,7	<b>16,0</b>	<b>23,6</b>		<b>12,5</b>	-1,4	<b>43,5</b>
z-score 7	<b>2,4</b>	0,9	0,4	-0,6	-1,2	-0,6	1,1		0,4	-0,9
z-score 8	0,2	-0,9	<b>2,0</b>	0,8	0,1	-0,5	-1,1			
z-score 9	0,7	-0,5					0,3			0,3
z-score 10	-1,6	-1,3	-1,1	-1,2	0,7	-0,7	<b>-6,8</b>		-0,6	-1,1
z-score 12										0,5
z-score 16	0,0	-1,3	-0,6	-0,4	1,0	-0,2	-0,4			<b>-3,2</b>
z-score 19	-0,6	0,4	-0,1	1,2	0,7	<b>2,0</b>		0,3	0,5	2,0
z-score 23	0,1	1,7	-0,3	-0,7	0,3	-0,2	-0,2		1,1	-0,8

### 3.6 Staal C: Macro-elementen en N/ Sample C: Macro elements and N

Labonummer/lab number	K	Ca	Mg	Na	Fe	Al	restvocht (residual moisture)	N	C	OS (OM)
eenheid/unit	g/kg						%	%/DS	%/DS	%/DS
staal/sample	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
2	3,41	19,4	3,06	0,75	1,63	1,05	6,21	1,21	49,1	89,4
3	3,54	22,1	3,32	0,84			4,92	1,27		89,8
5	<b>6,27</b>	20,4	3,33				4,71	1,24	48,0	89,3
7	3,87	18,6	3,10		1,71		<b>4,80</b>	1,15	<b>10,3</b>	89,7
8	3,43	21,9	<b>2,68</b>	0,85	1,42	0,99	5,90			
9	3,57	20,1	3,12	0,83	1,81	0,94	5,49	1,35	50,1	<b>86,1</b>
10	3,39	21,1	3,26	0,78	1,57	1,02	5,14	1,35	49,5	89,3
12	<b>4,02</b>	<b>21,3</b>	<b>3,50</b>	<b>0,78</b>	<b>1,68</b>	<b>1,29</b>	5,09			
13							4,70		49,3	
15							6,32	1,13		<b>91,0</b>
16	3,24	19,0	3,24	0,99	1,55	1,23	<b>2,69</b>	<b>0,79</b>	50,3	90,5
19	4,27		3,63	0,98			5,25	1,26	47,3	90,0
20							<b>5,65</b>	1,23		89,5
23	3,82	19,8	2,83	0,90	1,70	1,18	5,32	1,18	45,0	89,7
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	3,66	20,4	3,24	0,86	1,64	1,10	5,35	1,24	48,6	89,7
st.dev. (zonder/without outliers)	0,33	1,2	0,23	0,08	0,12	0,13	0,54	0,08	1,7	0,4
Labonummer/lab number	K	Ca	Mg	Na	Fe	Al	restvocht (residual moisture)	N	C	OS (OM)
z-score 2	-0,8	-0,8	-0,8	-1,3	0,0	-0,3	1,6	-0,3	0,3	-0,6
z-score 3	-0,3	1,5	0,3	-0,2			-0,8	0,4		0,2
z-score 5	<b>8,0</b>	0,0	0,4				-1,2	0,1	-0,3	-1,1
z-score 7	0,6	-1,4	-0,6		0,6		-1,0	-1,1	<b>-22,0</b>	0,0
z-score 8	-0,7	1,3	<b>-2,5</b>	-0,1	-1,8	-0,8	1,0			
z-score 9	-0,3	-0,2	-0,5	-0,3	1,4	-1,2	0,3	1,5	0,9	<b>-9,4</b>
z-score 10	-0,8	0,6	0,1	-0,9	-0,5	-0,6	-0,4	1,5	0,6	-1,1
z-score 12	1,1	0,8	1,1	-0,9	0,4	1,4	-0,5			
z-score 13							-1,2		0,4	
z-score 15							1,8	-1,5		<b>3,5</b>
z-score 16	-1,3	-1,1	0,0	1,6	-0,7	1,0	<b>-4,9</b>	<b>-5,9</b>	1,0	<b>2,1</b>
z-score 19	1,9		1,7	1,4			-0,2	0,3	-0,7	0,8
z-score 20							0,6	-0,1		-0,4
z-score 23	0,5	-0,5	-1,8	0,6	0,5	0,6	-0,1	-0,8	<b>-2,0</b>	0,1

### 3.7 Staal D: Minerale N en ammoniumlactaatextractie / Sample D: Mineral N and ammonium lactate extraction

Labonummer/lab number	NO3-N	NH4-N	HWC	K	Mg	Ca	Mn	Na	P
eenheid/unit	mg/kg voorgedr. bodem mg/kg dry soil			mg/100g voorgedr. bodem (mg/100g dry soil)					
staal/sample	D	D	D	D	D	D	D	D	D
2	10,0	9,30	576						
3	10,8	9,08	456	7,48	15,0	191	<b>28,5</b>	2,96	4,60
4	10,9	9,87	1275	7,31	14,7	191	18,7	2,42	4,53
9	10,6	9,70		14,27	17,1	193	29,1	5,61	4,54
10	9,3	7,15	1686	8,05	16,6	215	21,6	2,82	4,80
11	11,3	9,71		6,90	14,7	188		2,43	4,46
12	<b>7,8</b>	<b>5,95</b>		8,30	14,2	199		2,65	5,14
13	<b>4,6</b>	4,68		14,00	<b>27,7</b>	<b>375</b>		6,15	<b>3,00</b>
14	9,5	10,68							
17	10,6	8,60							
19	10,0	8,20							3,86
20	11,0	<b>7,60</b>		<b>8,25</b>	<b>14,8</b>	<b>200</b>			<b>4,60</b>
21				7,72	15,5	194			<b>5,39</b>
23	11,1	11,48		9,27	19,1	219		7,75	4,60
24				12,49					<b>3,47</b>
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	10,2	8,61	998	9,46	15,7	199	24,5	4,10	4,57
st.dev. (zonder/without outliers)	1,0	1,89	584	2,76	1,6	11	5,2	2,09	0,34
Labonummer/lab number	NO3-N	NH4-N		K	Mg	Ca	Mn	Na	P
z-score 2	-0,3	0,4							
z-score 3	0,6	0,2		-0,7	-0,5	-0,8	0,8	-0,5	0,1
z-score 4	0,6	0,7		-0,8	-0,7	-0,7	-1,1	-0,8	-0,1
z-score 9	0,3	0,6		1,7	0,9	-0,5	0,9	0,7	-0,1
z-score 10	-1,0	-0,8		-0,5	0,5	1,4	-0,6	-0,6	0,7
z-score 11	1,1	0,6		-0,9	-0,6	-1,0		-0,8	-0,3
z-score 12	<b>-2,4</b>	-1,4		-0,4	-1,0	0,0		-0,7	1,7
z-score 13	<b>-5,6</b>	<b>-2,1</b>		1,6	<b>7,6</b>	<b>16,1</b>		1,0	<b>-4,7</b>
z-score 14	-0,7	1,1							
z-score 17	0,3	0,0							
z-score 19	-0,2	-0,2							<b>-2,1</b>
z-score 20	0,8	-0,5		-0,4	-0,6	0,1			0,1
z-score 21				-0,6	-0,1	-0,4			<b>2,4</b>
z-score 23	0,9	1,5		-0,1	<b>2,1</b>	1,8		1,8	0,1
z-score 24				1,1					<b>-3,3</b>

### 3.8 Staal D: pH-KCl en P / Sample D: pH-KCl and P

Labonummer/lab number	pH-KCl	P-CaCl2	P-Olsen	Pox	FBV	FVG
eenheid/unit	-	mg/kg a-d soil		mmol P/kg a-d soil		%
staal/sample	D	D	D	D	D	D
2	5,77		14,4	8,08		
3	5,92	1,84	15,9	7,63	52,7	14,4
4	5,89	2,33	44,6	7,58	53,0	14,3
6			17,1	4,65		
9	5,85			8,67	60,1	14,5
10	5,82	2,40	13,3	7,79	47,4	16,4
11				8,30	54,2	15,3
12	5,81			8,54	54,8	15,5
13	5,88					
14	5,76					
17	5,81					
19	5,86	0,45		7,59	51,2	14,8
23			15,5			
24	5,72					
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	5,83	1,76	15,2	8,02	53,2	15,0
st.dev. (zonder/without outliers)	0,06	0,90	1,5	0,44	1,4	0,8
Labonummer/lab number	pH-KCl	P-CaCl2	P-Olsen	Pox	FBV	FVG
z-score 2	-1,0		-0,6	0,1		
z-score 3	1,5	0,1	0,5	-0,9	-0,3	-0,8
z-score 4	1,1	0,6	20,1	-1,0	-0,1	-1,0
z-score 6			1,3	-7,7		
z-score 9	0,4			1,5	5,0	-0,8
z-score 10	-0,2	0,7	-1,3	-0,5	-4,1	1,8
z-score 11				0,6	0,7	0,4
z-score 12	-0,2			1,2	1,2	0,6
z-score 13	0,9					
z-score 14	-1,1					
z-score 17	-0,3					
z-score 19	0,6	-1,4		-1,0	-1,4	-0,3
z-score 23			0,2			
z-score 24	-1,7					



### 3.9 Staal E: Organische koolstof en totale N / Sample E: Organic carbon and total N

Labonummer/lab number	OC (TOC)	IC (TOC)	Ntotaal/Ntotal
eenheid/unit	%	%	%
staal/sample	E	E	E
2	1,17	0,94	0,144
3	1,14		0,141
4	1,16	0,88	0,143
5	1,45	0,76	0,174
6	1,11	0,99	0,158
9	1,22	0,91	0,182
10	1,23	0,92	0,145
11	1,14	0,98	
12	1,09	0,93	0,157
13	1,15	0,83	
14			0,247
15			0,131
19	1,09	0,89	0,142
23	1,09		0,267
24	1,00		0,100
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	1,13	0,92	0,147
st.dev. (zonder/without outliers)	0,06	0,05	0,022
Labonummer/lab number	OC (TOC)	IC (TOC)	Ntotaal/Ntotal
z-score 2	0,6	0,5	-0,1
z-score 3	0,2		-0,3
z-score 4	0,4	-0,8	-0,2
z-score 5	5,0	-3,2	1,2
z-score 6	-0,3	1,5	0,5
z-score 9	1,4	-0,2	1,6
z-score 10	1,5	0,0	-0,1
z-score 11	0,1	1,2	
z-score 12	-0,7	0,3	0,5
z-score 13	0,3	-1,8	
z-score 14			4,6
z-score 15			-0,7
z-score 19	-0,7	-0,5	-0,3
z-score 23	-0,6		5,5
z-score 24	-2,1		-2,2

## 4 Conclusies

### *Uitschieters (op basis van z-score, staal B wegens beperkt aantal deelnemende laboratoria niet meegenomen)*

Het aantal uitschieters is gelijkaardig als in de ringtest van mei 2018, iets groter dan in vorige recente ringtesten.

- 4 labo's hebben geen enkele uitschieter
- 13 labo's hebben tussen 1 en 3 uitschieters
- 3 labo's hebben tussen 4 en 6 uitschieters
- Eén labo heeft 10 uitschieters

### *Staal A: Kokoschips*

- *Waterextract:*
  - o Hoge pH, lage EC en elementgehalten
  - o Relatief grote spreiding voor de elementconcentraties van N, Cl, Na en SO<sub>4</sub> (lage concentraties)
  - o Eén uitbijter voor pH-H<sub>2</sub>O, EC en SO<sub>4</sub>, twee uitbijters voor N-NO<sub>3</sub> en Na
- *Ammoniumacetaat-extract:*
  - o Vrij lage waarden voor alle elementen
  - o Desondanks voor alle elementen een lage spreiding (uitzondering: Fe en Mn)
  - o één uitbijter voor P en Fe
- *CaCl<sub>2</sub>/DTPA-extract:*
  - o slechts 2 deelnemende labo's, bijgevolg geen z-score berekend
  - o met uitzondering van Fe en Mn zeer beperkte spreiding tussen beide labo's

### *Staal B: Potgrond*

- Maar 3-5 resultaten per parameter, bijgevolg geen z-score berekend
- Kleine variatie voor de meeste parameters, grotere variatie bij de het luchtvolume (10 cm en 50 cm), het gemakkelijk opneembaar water en het water bufferend vermogen.

### *Staal C: Potgrond*

- Lage waarden voor de zware metalen, normale waarden voor de macro-elementen
- Een beperkte spreiding, vooral voor de macro-elementen, C en OS. Zware metalen Pb, Ni, Cd, Cr en As vertoonden wel een grote spreiding
- Eén uitbijter voor Zn, Pb, Cd, Cr, Mn, Hg, As, K, Mg, restvocht, N en C, twee uitbijters voor P en OS

### *Staal D: Minerale grond*

- Eén labo (3) rapporteerde ook HWC met de methode van Ghani et al. (2003), zonder de aanpassingen. Het gemiddelde resultaat was 478,3 mg/kg, iets hoger dus dan met de methode voorgesteld voor deze ringtest (zie tabel)
- De bodem bevat relatief veel minerale N, maar beperkte concentraties aan macro-elementen en vooral weinig P
- Beperkte spreiding voor de meeste metingen, behalve voor NH<sub>4</sub>-N, HWC, K, Mn, Na en P-CaCl<sub>2</sub>
- Eén uitbijter voor NO<sub>3</sub>-N, Mg, Ca, P-Olsen en P-ox, twee uitbijters voor FBV en drie uitbijters voor P in het ammonium lactaat extract

**Staal E: Minerale grond**

- Eén labo (3) rapporteerde ook totale N met de Dumas-methode (Kjeldahl-methode in tabel). Het gemiddelde resultaat was 0,15%, iets hoger dus dan de waarde in de tabel.
- Lage spreiding voor OC en IC, iets hoger voor N
- Relatief hoge IC-waarde
- Geen enkel labo voerde de OC-meting met de dichromaatmethode uit.

**Onzekerheid op de consensuswaarde/standard uncertainty of the assigned value ( $U_{Xref}$ )**

Analysis	NO3-N	NH4-N	K	Mg	Ca	Na	P	pH-KCl	Pox	OC (TOC)	IC (TOC)	Ntotaal/Ntotal
Unit	ng/kg voorgedr. Bodem		mg/100g voorgedr. Bodem					-	mmol P/kg DS	%	%	%
extract	KCl	KCl	Amlact	Amlact	Amlact	Amlact	Amlact	KCl				
sample	D	D	D	D	D	D	D	D	D	E	E	E
$U_{Xref}$	0,17	0,11	0,23	0,11	1,20	0,13	0,05	0,02	0,09	0,02	0,01	0,003

**Outliers (based on the z-score, sample B left out because of the small number of participating laboratories)**

The number of outliers was similar as in the proficiency test of May 2018, slightly larger than the numbers in previous recent proficiency tests.

- 4 labs had no outliers
- 13 labs had between 1 and 3 outliers
- 3 labs had between 4 and 6 outliers
- 1 lab had 10 outliers

**Sample A: Coco chips**

- **Water extract:**
  - o High pH, low EC and low element contents
  - o Relatively large variations for element concentrations of N, Cl, Na and SO<sub>4</sub>
  - o One outlier for pH-H<sub>2</sub>O, EC and SO<sub>4</sub>, two outliers for N-NO<sub>3</sub> and Na
- **Ammonium acetate extract:**
  - o Relatively low contents for all elements
  - o Nevertheless, relatively low variance for all parameters (except for Fe and Mn).
  - o One outlier for P and Fe
- **CaCl<sub>2</sub>/DTPA extract:**
  - o only 2 participating labs reported results, no z-score calculated
  - o very limited variance, except for Fe and Mn

**Sample B: Potting soil**

- Only 3-5 results for every parameter, no z-score calculated.
- Limited variation for most parameters, larger variation for air volume (10 and 50 cm), easily obtainable water and water buffer capacity

**Sample C: Potting soil**

- Low values for heavy metals, normal concentrations for the macro-elements
- Limited variation, especially for the macro elements, C and OM. Heavy metals Pb, Ni, Cd, Cr and As have a larger variation
- One outlier for Zn, Pb, Cd, Cr, Mn, Hg, As, K, Mg, residual moisture, N and C, two outliers for P and OM

#### ***Sample D: Mineral soil***

- One lab (3) reported also HWC with the method of Ghani et al. (2003) without modifications. The average result was 478.3 mg/kg, slightly higher compared to the method proposed for this proficiency test (see Table).
- The soil has relatively high concentrations of mineral N, but limited concentrations of macro elements and especially low P contents
- Limited variance for most measurements, except for NH<sub>4</sub>-N, HWC, K, Mn, Na and P-CaCl<sub>2</sub>
- One outlier for NO<sub>3</sub>-N, Mg, Ca, P-Olsen and P-ox, two outliers for FBV and three outliers for P in ammonium lactate

#### ***Sample E: Mineral soil***

- One lab (3) reported also total N with the method of Dumas (table: Kjeldahl method). The average result was 0.15%, slightly higher than the value in the table.
- Limited variance for OC and IC, somewhat larger for N
- Relatively high IC value
- None of the labs reported OC values measured by the dichromate method.

## 5 Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2018/ Participants 2018

### Producenten potgronden/compost

- Greenyard Horticulture Belgium N.V.

### Overheidslaboratoria/onderzoeksinstituten

- ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving
- UGent – Vakgroep Bodembeheer
- Laboratorio Agrario Gipuzkoako -Zizurkil
- INBO
- UGent – Vakgroep Toegepaste Biowetenschappen
- UGent – Fornalab

### Laboratoria v.z.w. & N.V.

- Bodemkundige Dienst van België
- Eurofins Agro Testing Sweden AB
- Laboratorium L. Iliano BVBA
- PSSS Smederovo (Serbia)
- PCSierteelt/PCGroenteteelt
- Inagro vzw
- Monaghan Biosciences Analytical Services (Ierland)
- Proefstation voor de Groenteteelt Sint-Katelijne-Waver
- Laboratorium ECCA
- Eurofins Viljavuuspalvelu (Finland)
- Scientia Terrae
- Innolab
- NRM Laboratories (UK)
- Eurofins Agro Nederland
- Eurofins Agraranalytik Deutschland
- Organic Waste Systems nv

## 6 Bijlage 2



Plant  
Burg. Van Gansberghelaan 109  
9820 Merelbeke  
T 09 272 27 00  
**www.ilvo.vlaanderen.be**

uw brief van	uw kenmerk	ons kenmerk	bijlagen
vragen naar/e-mail		AG/18/VL/002	
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be	telefoonnummer	datum
		09 272 2708	6 november 2018

Betreft: Ringtest Vlarisub november 2018

Geachte heer/mevrouw,

In het kader van de Vlarisub-ringtest november 2018 bezorgen wij U een aantal stalen voor analyse op diverse elementen. **De stalen dienen zorgvuldig gemengd te worden.** Voor zover mogelijk wordt gevraagd alle vermelde analyses minstens in **tweevoud** uit te voeren (herhaalbaarheid). Indien het resultaat **onder de detectielimiet** ligt, rapporteer dan "<(jullie detectielimiet)" in de invulfiche. In de berekeningen voor het ringtestrapport wordt dan de helft van de specifieke detectielimiet meegenomen. **Mogen wij uw aandacht vragen voor een correcte omrekening en rapportering van de resultaten?**

1. Grondstof voor potgrond (staal A) voor chemische analyse (labdensiteit: 243,2 g/l) (staal koel bewaren!)
  - a. Water- en ammoniumacetaat-extract, pH en EC

Volgens de klassieke **chemische analyse** wordt zowel een extract met ammoniumacetaat als met water gemaakt (1/5 vol/vol, het substraat vooraf **niet bevochtigen**). Weeg hiervoor **12,2 g** af en voeg 250 ml extractiemiddel toe. Voer op de extracten de volgende bepalingen uit :

- **K, Ca, Mg, Fe, Mn en P** op het ammoniumacetaat-extract (Ministerieel goedgekeurde versie van 18 januari 2012, CMA 2/IV/6 en CMA 2/IV/14 tot 17);
- **EC (25 °C), Na, Cl, SO<sub>4</sub> en N (NH<sub>4</sub>, NO<sub>3</sub> en som N)** op het waterextract (N zo vlug mogelijk analyseren) volgens EN 13038: Soil improvers and growing media - Determination of electrical conductivity) en EN 13652: Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble elements; er wordt aangeraden om de SO<sub>4</sub>-concentratie met anionchromatografie te meten om zo enkel de anorganische SO<sub>4</sub> te meten;
- **pH** in waterige suspensie (1/5 v/v), **4,9 g** in 100 ml meten tot op 0,05 na 1-3 uur bij 25°C (Ministerieel Besluit van 19 februari 2013 CMA/2/IV/13)

**Rapporteer de resultaten in mg/l substraat (hou rekening met de 1:5 verdunning).**

## b. Extract in 0,01 M CaCl<sub>2</sub>/DTPA

Volgens de CEN-methode (CaCl<sub>2</sub>/DTPA, EN 13651 Soil improvers and growing media - Extraction of calcium chloride/DTPA (CAT) soluble nutrients) wordt een extract gemaakt in 0.01M CaCl<sub>2</sub>/DTPA.

Bereiding geconcentreerde extractieoplossing 0.1 M:

Los onder roeren met een magnetische roerder 14.7 g CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O en 7.88 g DTPA op in 800 ml warm water (+/- 80°C) in een 1000 ml beker. Bij 80°C lost dit op binnen de 2 u. Breng vervolgens de oplossing over in een maatkolf van 1 l en leng aan tot de merkstreep. Na enkele weken kan een neerslag ontstaan. Door opwarmen en roeren kan de ontstane neerslag terug in oplossing gebracht worden.

Bereiding extractieoplossing

De geconcentreerde oplossing 1/10 verdunnen zodat uiteindelijk een concentratie van 0.01 M CaCl<sub>2</sub> en 0.002 M DTPA bekomen wordt. De pH van de extractievloeistof moet tussen 2.60 en 2.65 liggen.

Weeg **12.2 g** (equivalent van 50 ml) en voeg 250 ml verdunde extractieoplossing (0.01 M) toe. Na 1 uur schudden affiltreren en op het extract de volgende elementen bepalen : K, Mg, Fe, Mn, P, SO<sub>4</sub>, Na, N-NO<sub>3</sub> en N-NH<sub>4</sub>.

## 2. Potgrond voor fysische analyse (Staal B)

Voor de **fysische analyse** worden volgende parameters bepaald: droge bulkdensiteit, porositeit, water op vers gewicht, watercapaciteit, % lucht- en watervolume, gemakkelijk opneembaar water, waterbufferend vermogen, % krimp, % vocht, % organische stof en % as (EN 13039: Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash, EN 13040: Soil improvers and growing media - Sample preparation for chemical and physical tests, determination of dry matter content, moisture content and laboratory compacted bulk density, en EN 13041: Soil improvers and growing media - Determination of physical properties - Dry bulk density, air volume, water volume, shrinkage value and total pore space).

## 3. Potgrond (staal C - geel deksel) voor analyse van zware metalen, totaal P, macro-elementen, totaal N, C, organische stof en restvocht

Bepaling van het organische stofgehalte (Zie CMA/2/IV/3 (<http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>) of EN 13039). De analyseresultaten uitdrukken in **%(absoluut) droge stof (corrigeren voor het restvocht!)**.

Na verassing (6 uur bij 450 °C, as opnemen in 20 ml HNO<sub>3</sub> 7N en aanlengen tot 100 ml), ontsluiting door aqua-regia met refluxkoeler of ontsluiting m.b.v. microgolf of andere methodes die gebruikt worden bij CMA/2/IV/6 (zie <http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>) worden volgende elementen bepaald: Cr, Cd, Cu, Pb, Ni, Mn, Zn, Hg, As en P (analyseresultaten uitdrukken in **mg/kg (absoluut) droge stof (corrigeren voor het restvocht!)**) en Na, K, Ca, Mg, Fe en Al (analyseresultaten uitdrukken in **g/kg (absoluut) droge stof (corrigeren voor het restvocht!)**). De analyse gebeurt volgens CMA/2/IV/19 (20 voor Hg).

Gelieve ook het restvocht te rapporteren, zoals beschreven in CMA/2/IV/1. Het restvochtgehalte bij deze ringtest wordt gedefinieerd als het verschil in vocht tussen het staal C bij ontvangst en het staal C na drogen bij 105°C.

Totaal N wordt bepaald volgens CMA/2/IV/4 (via (1) NDumas of (2) Modified Kjeldahl). Totaal C wordt bepaald via ISO 10694:1995: Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis).

De resultaten worden uitgedrukt als **% op droge stofbasis (na correctie voor restvocht)**.

Ook als uw laboratorium geen metaalanalyses verricht, wordt toch gevraagd om het organische stofgehalte en restvocht te bepalen.

## 4. Minerale grond voor nitraat- en ammoniumanalyse, HWC, pH-KCl-meting, bepaling van ammoniumlactaat-extraheerbare elementen en fosfor (staal D, rood deksel)

De bodem is afkomstig uit de zandstreek.

#### a. Nitraat- en ammoniumanalyse

Neem 40 g luchtdroge bodem en voeg 200 ml KCl 1N toe (BAM/deel 1/04 en 07). Eén uur laten schudden, filtreren en het nitraat- en ammoniumgehalte meten en uitdrukken in **mg NO<sub>3</sub>-N/kg voorgedroogde bodem en mg NH<sub>4</sub>-N/kg voorgedroogde bodem** (hou rekening met de 1:5 verdunning).

#### b. Hot water extractable carbon (HWC)

Neem 5 g luchtdroge bodemen en extraheer met 25 ml demi-water gedurende 16 uur in een heetwaterbad (70°C). Filter de bodemsuspensie (bijvoorbeeld over een Whatman Nr 42 filter) na centrifugatie bij 3274g gedurende 15 minuten. HWC is de hoeveelheid C in het filtraat (methode van Ghani et al. (2003) na aanpassingen).

Ghani, A., Dexter, M., Perrott, K.W., 2003. Hot-water extractable carbon in soils: a sensitive measurement for determining impacts of fertilisation, grazing and cultivation. Soil Biol. Biochem. 35, 1231–1243.

#### c. Ammoniumlactaat-extraheerbare elementen

Neem 5 g luchtdroge bodem en voeg 100 ml ammoniumlactaat toe. Vier uur laten schudden, filtreren en de concentratie K, Ca, Mg, Mn, Na en P meten en uitdrukken in **mg/100g voorgedroogde bodem** (hou rekening met de 1:20 verdunning) (referentie: BAM/deel 1/11: zie [https://esites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM\\_deel1.11.pdf](https://esites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM_deel1.11.pdf)).

#### d. pH-KCl: pH-KCl (1M KCl, 1/5 v/v)

**Meng 20 ml** bodem in 100 ml, meten tot op 0,05 na minimum 2 uur bij 20°C na manueel of mechanisch schudden (ISO 10390).

#### e. CaCl<sub>2</sub> 0,01 M extraheerbaar fosforgehalte, Olsen-P, oxalaat-extraheerbare fosfaatgehalte (Pox), P-bindend vermogen en fosfaatverzadigingsgraad

0,01 M CaCl<sub>2</sub> extraheerbaar fosforgehalte (NEN 5704): Fosforgehalte (mg P/kg luchtdroge bodem) geëxtraheerd met een 0,01 M CaCl<sub>2</sub> oplossing van 20°C in een verhouding van 1:10, geschud gedurende 2 uur. De bodemdeeltjes worden door centrifugeren verwijderd.

Olsen-P: Bodem wordt in een 1:20-verhouding met 0,5 M NaHCO<sub>3</sub> geschud gedurende 30 minuten. Analyse met behulp van blauwkleuring (ammoniummolybdaat) en analyse met UV-VIS (890 nm). ISO 11263, in mg P/kg luchtdroge bodem.

Oxalaat-extraheerbare fosfaatgehalte (Pox), P-bindend vermogen en fosfaatverzadigingsgraad op luchtdroog materiaal: vertrekken vanuit staal D (methode: BAM/deel 1/08, zie [https://esites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM\\_deel1.08.pdf](https://esites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM_deel1.08.pdf)). Druk het resultaat uit in mmol P/ kg luchtdroge grond voor Pox en FBV, en in % voor FVG.

## 5. Minerale grond (staal E, blauw deksel) voor **bepaling organische koolstof en totale stikstof**

De bodem is afkomstig uit de polders.



## a. Organische C

ISO 10694:1995 (TOC): Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis) of ISO 14235:1998 (Dichromaatmethode): Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation.

Bij gebruik van de procedure ISO 10694 kunnen andere kalibratiestandaarden zoals bv. EDTA en andere niet-oxiderende minerale zuren (bv.  $H_3PO_4$ ) eveneens gebruikt worden. Naast %O.C. wordt ook %I.C. gerapporteerd.

Bij gebruik van ISO 14235 gelden volgende aanpassingen:

- het niveau van de digestieoplossing in de digestiebuis dient zich volledig onder het oppervlak van de destructieblok te bevinden
- het monster dient 30 minuten bij 135°C (effectieve temperatuur in de vloeistof) te worden gedestruerd
- in plaats van centrifugatie kan eveneens rechtstreeks een filtratie worden uitgevoerd
- titrimetrie is eveneens toepasbaar als bepalingmethode

Labo's die beide methodes hanteren, kunnen voor beide een resultaat doorsturen. Het resultaat uitdrukken als % O.C.

## b. Totale N

Totale N wordt gemeten volgens ISO 13878 Soil quality - Determination of total nitrogen content by dry combustion („elemental analysis“) of volgens ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method. Het resultaat wordt uitgedrukt als % N.

Via e-mail ontvangt U een invulformulier die U nadien ingevuld kan terugsturen. De resultaten worden ten laatste op **11/01/2019** ([Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be](mailto:Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be)) verwacht.

Met vriendelijke groeten,

Fien Amery

## 7 Addendum 2



Plant Sciences  
Burg. Van Gansberghelaan 109  
9820 Merelbeke, Belgium  
T +32 9 272 27 00  
[www.ilvo.vlaanderen.be](http://www.ilvo.vlaanderen.be)

your letter	your ref.	our ref.	attachments
ask for/e-mail		AG/18/VL/002	date
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be	phone number	November 6 <sup>th</sup> 2018
	e	09 272 2708	

Re.: Proficiency test Vlarisub November 2018

Dear madam/sir,

Hereby we deliver you the samples for the VLARISUB proficiency test. **Samples have to be sufficiently mixed.** We kindly ask you to perform the analysis at least in duplicate. If the result is **below the detection limit**, please report "<(your detection limit)" in the report file. For the calculations half of this detection limit will be used.

1. Feedstock for potting soil (sample A) for chemical analysis (lab bulk density: 243.2 g/l)
  - a. Ammonium acetate and water extract

For the chemical analysis you prepare an **ammonium acetate** (pH 4.65) extract and a **water** extract (both in 1/5 vol/vol, do not humidify in advance). For this you weigh **12.2 g** and add 250 ml extraction liquid and make the following analysis:

- **K, Ca, Mg, Fe, Mn and P** on the ammonium acetate extract (ammonium acetate solution buffered at pH 4.65: dissolve 38.54 g ammonium acetate in 500 ml water while softly heating in a beaker of 1l, cool and add 300 ml water, and add 20 ml concentrated acetic acid (96%, d. 1.05) and cool. While the pH is measured, add concentrated acetic acid (96%, d. 1.05) as drops until pH 4.65 is reached. Pour in a flask of 1l add water and shake) after shaking for 1h.

- **EC (25 °C), Na, Cl, SO<sub>4</sub> and N (NH<sub>4</sub>, NO<sub>3</sub> and sum N) on the water extract** (N as quick as possible) (EN 13038: Soil improvers and growing media - Determination of electrical conductivity, and EN 13652 Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble elements) after shaking for 1h; recommendation to measure SO<sub>4</sub> by anion chromatography in order to measure only inorganic SO<sub>4</sub>;

- **pH** in aqueous solution (1/5 v/v), **4.9 g** in 100 ml and measure up to 0,05 after 1-3 hours at 25 °C (EN 13037: Soil improvers and growing media - Determination of pH).

**Report the results as mg/l substrate (please take 1:5 dilution into account!).**

- b. CEN method (CaCl<sub>2</sub>/DTPA, EN 13651: Soil improvers and growing media - Extraction of calcium chloride/DTPA (CAT) soluble nutrients)

Preparation of the concentrated extraction solution 0.1 M

Dissolve 14.7 g CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O and 7.88 g DTPA in 800 ml hot water (temperature approximately 80 °C) with stirring on a magnetic stirrer in a 1000 ml beaker. At 75 °C +/- 10 °C the reagents will dissolve within 2 h. Allow to cool to ambient temperature. Transfer the solution to a 1000 ml flask and dilute to the mark with water. The solution is stable at room temperature for several weeks. Any precipitation that occurs will disappear with warming and stirring.

Extracting solution

Dilute the concentrated CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O/DTPA extracting solution with water in the proportions one part concentrated solution with nine parts water. The final concentration of the extracting solution should be 0.01 mol/l CaCl<sub>2</sub> and 0.002 mol/l DTPA. The pH of the extracting solution should be adjusted if necessary to be between 2.6 and 2.65.

Weigh **12.2 g** (equivalent of 50 ml) and add 250 ml 1/10 diluted extraction solution, and shake for 1 h. Determine the following elements: K, Mg, Fe, Mn, P, SO<sub>4</sub>, Na, N-NO<sub>3</sub>, and N-NH<sub>4</sub>.

## 2. Potting soil (sample B) for physical analysis

For the **physical analysis** the following parameters are measured: dry bulk density, porosity, water content on fresh matter, water capacity, % air and water volume, % shrinkage, % moisture, % organic matter and % ash (EN 13039: Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash, EN 13040: Soil improvers and growing media - Sample preparation for chemical and physical tests, determination of dry matter content, moisture content and laboratory compacted bulk density, and EN 13041: Soil improvers and growing media - Determination of physical properties - Dry bulk density, air volume, water volume, shrinkage value and total pore space).

## 3. Potting soil (sample C – yellow cap) for the analysis of heavy metals, macro elements, total N, C, total P, organic matter and residual moisture

Determination of the organic matter (EN 13039: Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash). Express the results as **%/dry matter (DM)**. **Please correct the results for residual moisture content**. Please report the organic matter content, even if your laboratory does not analyse this sample for heavy metals.

The residual moisture content is the recorded moisture loss when drying the received sample (as is) directly at 105°C (the received sample should not be dried at 70°C before residual moisture content determination).

For the determination of Cr, Cd, Cu, Pb, Ni, Mn, Zn, Hg, As, P (express the results as **mg/kg dry matter (DM)**, **please correct the results for residual moisture content**) and Na, K, Ca, Mg, Fe and Al (express the results as **g/kg dry matter (DM)**, **please correct the results for residual moisture content**) you incinerate (6 hours at 450 °C and dissolve the ashes in 20 ml HNO<sub>3</sub> 7N and add water to 100 ml) or digest the sample in a microwave or with reflux cooler and measure. Also report residual moisture content.

Total N is measured according to EN 13654-1 or EN 13654-2. Total C is measured according to ISO 10694:1995: Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis). Both are expressed on a dry matter base (**after correction for residual moisture content**).

4. An air-dried mineral soil (*sample D - container with red cap*) for determination of nitrate and ammonium, HWC, pH-KCl, ammonium lactate extractable nutrients and phosphorus

The soil sample is from the sandy region in Flanders.

a. Nitrate and ammonium content: sample D

Take 40 g air-dried sample D and add 200 ml KCl 1N. Shake for one hour, filter and measure the nitrate and ammonium content. Express as **mg NO<sub>3</sub>-N /kg air-dried soil** and **NH<sub>4</sub>-N/kg air-dried soil** (take 1:5 dilution into account) (ISO/TS 14256-1:2003: Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution – Part 1: manual method or ISO 14256-2:2005: Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution – Part 2: automated method with segmented flow analysis).

b. Hot Water Extractable Carbon (HWC)

Take 5 g air-dried sample D and extract with 25 ml demineralized water for 16 hours in a hot water bath (70°C). The soil suspension is filtered (e.g., on a Whatman Nr 42 filter), after centrifugation at 3274g during 15 min. HWC is the amount of C in this filtrate (method of Ghani et al. (2003), with modifications).

Ghani, A., Dexter, M., Perrott, K.W., 2003. Hot-water extractable carbon in soils: a sensitive measurement for determining impacts of fertilisation, grazing and cultivation. *Soil Biol. Biochem.* 35, 1231–1243.

c. Ammonium lactate extractable P, K, Ca, Na, Mg: sample D

Take 5 g air-dried sample D and add 100 ml ammonium lactate. Shake for 4 hours in dark recipients, filter and collect the extract. Express results as **mg /100g air-dried soil** (take 1:20 dilution into account) (Reference: Egnèr H., Riehm H. & Domingo W.R. (1960). Untersuchungen über die chemische Bodenanalyse als Grundlage für die Beurteilung des Nährstoffzustandes der Böden. II. Chemische Extraktionsmethoden zur Phosphor- und Kaliumbestimmung. *Kungliga Lantbrukshögskolans Annaler*, 26, 199-215). Ammonium lactate (1 liter): dissolve 25.7 ml lactic acid 88 %, 23.4 ml acetic acid 99 % and 16 ml ammonium 25 % in a 1 l volumetric flask already filled with 0.5 l water, and add distilled water (pH should be 3.75).

d. pH-KCl: sample D

pH-KCl in 1M KCl (1/5 v/v): **20.0 ml** in 100 ml, measuring to 0.05 after at least 2 hours at 20°C after stirring the sample manually or mechanically (ISO 10390/ Soil quality - Determination of pH).

e. Phosphorus analyses: P-CaCl<sub>2</sub> and P-Olsen

0.01 M CaCl<sub>2</sub> extractable phosphorus (NEN 5704): phosphorus (mg P/kg air-dried soil) extracted with 0.01 M CaCl<sub>2</sub> in a soil:solution ratio of 1:10 during 2 hours, followed by centrifugation or filtration.

P-Olsen: Soil is shaken in a 1:20 ratio with 0.5 M NaHCO<sub>3</sub> during 30 minutes. Analysis with UV-VIS spectrometry (890 nm after colouring with ammonium molybdate). ISO 11263, expressed as mg P/kg air-dried soil.

Determination of Oxalate extractable P (Pox) is only relevant for Belgian and Dutch labs.

## 5. An air-dried mineral soil (sample E container with blue cap) for determination of organic carbon and total nitrogen

The soil sample is rich in clay.

### a. Organic carbon

ISO 10694:1995 (TOC): Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis) or ISO 14235:1998: Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation.

For ISO 10694, other calibration standards such as EDTA and other non-oxidant mineral acids (e.g. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) may be used as well. Both %O.C. and %I.C. are reported.

For ISO 14235, these adaptations are allowed:

- the level of the digestion solution in the digestion vessel should be under the surface of the digestion block
- the sample must be digested 30 minutes at 135°C
- filtration might be applied instead of centrifugation
- titrimetry is also allowed as method of determination instead of colorimetry

Laboratories applying both methods, may report the results separately. The result must be expressed as % O.C (expressed on air-dried material).

### b. Total nitrogen

Total N is determined according to ISO 13878 Soil quality - Determination of total nitrogen content by dry combustion („elemental analysis“) or ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method. The result must be expressed as % N.

Via e-mail you will receive a file which you can use for reporting your results. Please send your results to [fien.amery@ilvo.vlaanderen.be](mailto:fien.amery@ilvo.vlaanderen.be) before **11/01/2019**. We thank you for your kind co-operation.

Sincerely yours,

Fien Amery

## Contact

Fien Amery, Wetenschappelijk onderzoeker  
Instituut voor Landbouw-, Visserij- en Voedingsonderzoek ILVO  
Plant  
Burg. Van Gansberghelaan 109  
9820 Merelbeke  
T +32 9 272 27 09  
fien.amery@ilvo.vlaanderen.be

Johan Van Waes, Wetenschappelijk directeur  
Instituut voor Landbouw-, Visserij- en Voedingsonderzoek ILVO  
Plant  
Burg. Van Gansberghelaan 109  
9820 Merelbeke  
T +32 9 272 26 68  
johan.vanwaes@ilvo.vlaanderen.be

Deze publicatie kan ook geraadpleegd worden op:  
[www.ilvo.vlaanderen.be/pers en media/ILVO mededelingen](http://www.ilvo.vlaanderen.be/pers%20en%20media/ILVO%20mededelingen)

Vermenigvuldiging of overname van gegevens toegestaan mits duidelijke bronvermelding.

# ILVO

Aansprakelijkheidsbeperking

Deze publicatie werd door ILVO met de meeste zorg en nauwkeurigheid opgesteld. Er wordt evenwel geen enkele garantie gegeven omtrent de juistheid of de volledigheid van de informatie in deze publicatie. De gebruiker van deze publicatie ziet af van elke klacht tegen ILVO of zijn ambtenaren, van welke aard ook, met betrekking tot het gebruik van de via deze publicatie beschikbaar gestelde informatie.

In geen geval zal ILVO of zijn ambtenaren aansprakelijk gesteld kunnen worden voor eventuele nadelige gevolgen die voortvloeien uit het gebruik van de via deze publicatie beschikbaar gestelde informatie.

The logo for ILVO, consisting of the letters 'ILVO' in a bold, green, sans-serif font. A vertical green bar is located on the right side of the page.

# ILVO

Instituut voor Landbouw-, Visserij- en Voedingsonderzoek  
Burg. Van Gansberghelaan 92  
9820 Merelbeke - België

T +32 9 272 25 00  
[ilvo@ilvo.vlaanderen.be](mailto:ilvo@ilvo.vlaanderen.be)  
[www.ilvo.vlaanderen.be](http://www.ilvo.vlaanderen.be)